

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-212544

(43)Date of publication of application : 31.07.2002

---

(51)Int.Cl. C09K 3/14  
B02C 17/00  
B02C 17/20  
// C01F 17/00

---

(21)Application number : 2001-005161 (71)Applicant : MITSUI MINING & SMELTING CO LTD

(22)Date of filing : 12.01.2001 (72)Inventor : UCHINO YOSHIJI  
YAMAZAKI HIDEHIKO

---

(54) METHOD OF PRODUCING CERIUM OXIDE POLISHING MATERIAL AND CERIUM OXIDE POLISHING MATERIAL PRODUCED BY THE METHOD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide the technology that can efficiently produce cerium oxide polishing material with markedly reduced content of coarse grains causing polishing flaws and provide a cerium oxide polishing material that can polish glass surfaces with polishing flaws reduced extremely.

SOLUTION: The raw material of the rare earth mixture including cerium is finely crushed to prepare a raw material for polishing material. The material is fired, cracked and classified to produce the objective cerium polishing material wherein the rare earth mixture is pulverized until the content of the coarse grains with the particle size of  $\geq 10 \mu\text{m}$  is reduced to  $\leq 500 \text{ ppm}$  in the resultant polishing material.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 14.12.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マ-ト*(参考)
C 0 9 K 3/14	5 5 0	C 0 9 K 3/14	5 5 0 D 4 D 0 6 3
B 0 2 C 17/00		B 0 2 C 17/00	D 4 G 0 7 6
17/20		17/20	
// C 0 1 F 17/00		C 0 1 F 17/00	A

審査請求 有 請求項の数6 O L (全 7 頁)

(21)出願番号	特願2001-5161(P2001-5161)	(71)出願人	000006183 三井金属鉱業株式会社 東京都品川区大崎1丁目11番1号
(22)出願日	平成13年1月12日(2001.1.12)	(72)発明者	内野 義嗣 東京都品川区大崎1丁目11番1号 三井金属鉱業株式会社素材事業本部レアメタル事業部内
		(72)発明者	山▲崎▼ 秀彦 東京都品川区大崎1丁目11番1号 三井金属鉱業株式会社素材事業本部レアメタル事業部内
		(74)代理人	100111774 弁理士 田中 大輔

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 酸化セリウム系研磨材の製造方法及びその方法により得られた酸化セリウム系研磨材

(57)【要約】

【課題】 研磨キズの発生原因となる粗粒子含有量を著しく減少して、酸化セリウム系研磨材を効率的に製造できる技術の提供し、ガラス表面への研磨キズの発生を極力抑制した状態の研磨が可能な酸化セリウム系研磨材を提供する。

【解決手段】 セリウムを含む希土類原料を粉碎処理して得られる研磨材原料を用いて、焙焼処理、解砕処理、分級処理を行うものである酸化セリウム系研磨材の製造方法において、粉碎処理は、得られる研磨材原料における粒径10μm以上の粗粒子が500ppm以下の含有量になるまで希土類原料を粉碎するものとした。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 セリウムを含む希土類原料を粉碎処理して得られる研磨材原料を用いて、焙焼処理、解砕処理、分級処理を行うものである酸化セリウム系研磨材の製造方法において、

前記粉碎処理は、得られる研磨材原料における粒径  $10\mu\text{m}$  以上の粗粒子が  $500\text{ppm}$  以下の含有量になるまで希土類原料を粉碎することを特徴とする酸化セリウム系研磨材の製造方法。

【請求項 2】 粉碎処理は湿式型ミルによるものであり、希土類原料と液体とを混合して作製する粉碎用スラリーの希土類原料濃度は、重量換算で  $10\sim 70\text{wt}\%$  としたものである請求項 1 に記載の酸化セリウム系研磨材の製造方法。

【請求項 3】 湿式型ミルで使用する粉碎媒体がボールであり、該ボール直径が  $0.2\sim 10\text{mm}$  であるものを用いる請求項 2 に記載の酸化セリウム系研磨材の製造方法。

【請求項 4】 粉碎処理中又は粉碎処理後に、研磨材原料に含まれる粗粒子量を測定するものである請求項 1 ～請求項 3 いずれかに記載の酸化セリウム系研磨材の製造方法。

【請求項 5】 セリウムを含む希土類原料を粉碎処理した研磨材原料において、研磨材原料に含まれる粒径  $10\mu\text{m}$  以上の粗粒子が  $500\text{ppm}$  以下の含有量であることを特徴とする研磨材原料。

【請求項 6】 請求項 1 ～請求項 4 に記載する酸化セリウム系研磨材の製造方法により得られた酸化セリウム系研磨材。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、酸化セリウム系研磨材の製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】近年、種々のガラス材料の研磨に酸化セリウム系研磨材が使用されている。これは、酸化セリウム系の研磨材が、酸化ジルコニアや二酸化ケイ素等からなる研磨材に比べて切削速度が大きく、研磨効率に優れ、研磨精度も良好であることによる。酸化セリウム系研磨材は、通常の板ガラスの研磨から、最近では、光ディスクや磁気ディスク用のガラス、液晶ディスプレイ (LCD) ガラス基板等の電気・電子機器に用いられるガラス材料の研磨にも用いられ、その利用分野は益々広がる傾向にある。

【0003】このような酸化セリウム系研磨材は、セリウムを含む希土類原料、例えば、モナザイトと呼ばれる希土鉱石により得られる塩化希土や、バストネサイト鉱石や中国産複雑鉱と呼ばれる希土鉱石により得られる酸化希土や炭酸希土等の希土類原料を、粉碎処理して得られ

る研磨材原料を用いて製造される。この酸化セリウム系研磨材の製造方法の基本的な流れとしては、粉碎処理した研磨材原料を焙焼処理して、再度の粉碎処理、即ち、解砕処理を行う。そして、最終的には、分級処理を行い、所定の平均粒径を有した酸化セリウム系研磨材として製品化されるものである。

【0004】このようにして得られる酸化セリウム系研磨材は、粗仕上げから最終仕上げまでの目的に合わせた研磨特性が実現できるように、所定の平均粒径とされていることが重要であり、更に、研磨キズの発生となる粗粒子の含有量を低減することが必要である。そのため、製品完成に近い処理工程、即ち、分級処理、解砕処理を、特に厳密に管理して行われる。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】この酸化セリウム系研磨材の製造方法における解砕処理及びその後の分級処理により、所定の平均粒径にして、研磨材中の粗粒子含有量を低減させることで、目的の研磨が行える酸化セリウム系研磨材を得ることは可能である。しかしながら、解砕処理、分級処理を厳密に行うことは生産効率の観点からすると、あまり好ましいものとはいえず、より効率的に酸化セリウム系研磨材を製造する方法が求められている。

【0006】そして、酸化セリウム系研磨材を用いて研磨が行われる最近のガラス材料では、研磨後のガラス表面の平滑性を、より厳しく求められる傾向で、特に、研磨キズを極力発生しない研磨が行える研磨材を強く要望されているのが現状である。

【0007】本発明は、このような事情の下になされたものであり、研磨キズの発生原因となる粗粒子含有量を著しく減少して、酸化セリウム系研磨材を効率的に製造できる技術の提供を目的とする。そして、ガラス表面への研磨キズの発生を極力抑制した状態の研磨が可能な酸化セリウム系研磨材を提供するものである。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するため、本発明者等は酸化セリウム系研磨材の製造方法について詳細な検討を行ったところ、最終製品である酸化セリウム系研磨材中の粗粒子含有量が、焙焼処理を行う研磨材原料、即ち、セリウムを含む希土類原料を粉碎処理して得られる研磨材原料の品位に大きく影響されることを見出したのである。即ち、セリウムを含む希土類原料を粉碎処理して得られる粉碎処理した研磨材原料に含まれる粗粒子の量を制御すると、製品となる酸化セリウム系研磨材の粗粒子含有量を低減できることが判明したのである。

【0009】より具体的には、希土類原料を粉碎処理して得られる研磨材原料において、粒径  $10\mu\text{m}$  以上の粗粒子が  $500\text{ppm}$  を超える量含んでいると、その後の焙焼処理、解砕処理、分級処理を行っても、最終製品で



ある酸化セリウム系研磨材における粗粒子含有量が多くなり、研磨時のキズが発生しやすい傾向になることを突き止めたのである。

【0010】このような知見に基づき、本発明では、セリウムを含む希土類原料を粉碎処理して得られる研磨材原料を用いて、焙焼処理、解砕処理、分級処理を行うものである酸化セリウム系研磨材の製造方法において、前記粉碎処理は、得られる研磨材原料における粒径  $10\mu\text{m}$  以上の粗粒子が  $500\text{ppm}$  以下の含有量になるまで希土類原料を粉碎するものとした。

【0011】本発明の製造方法によれば、従来のように解砕処理、分級処理を厳密に管理しなくとも、粗粒子含有量が低減された酸化セリウム系研磨材を容易に得ることができ、生産効率も向上する。

【0012】本発明における粗粒子とは、最終製品としての酸化セリウム系研磨材を構成する研磨材粒子の平均粒径よりも数倍以上大きい粒径を有するもので、 $10\mu\text{m}$  以上の粒径を有したものをいう。この粒径  $10\mu\text{m}$  以上の粗粒子が、希土類原料を粉碎処理して得られる研磨材原料において、重量比で  $500\text{ppm}$  を超える量含まれていると、研磨の際にキズが発生し易くなる。そして、本発明における粉碎処理では、粒径  $10\mu\text{m}$  以上の粗粒子が研磨材原料に対して  $100\text{ppm}$  以下の濃度になるまで希土類原料を粉碎するようにすることが、より好ましい。 $100\text{ppm}$  以下にすると、最終製品である酸化セリウム系研磨材中に含まれる粗粒子量が著しく減少され、研磨キズを殆ど生じなくなり、高精度の仕上げ研磨用酸化セリウム系研磨材とすることができるからである。

【0013】本発明に係る製造方法では、希土類原料の粉碎処理における粉碎方法、粉碎条件について、特に制限はない。本発明の製造方法を最も簡単に実現する粉碎方法としては、従来と同じ粉碎機を用い、研磨材原料に対する粗粒子含有量が  $500\text{ppm}$  以下となるまで、粉碎処理時間を長くして行えばよい。つまり、希土類原料を粉碎する際に、得られる研磨材原料中の粗粒子含有量が  $500\text{ppm}$  以下となるように、粉碎条件を調整して粉碎処理を行えばよいのである。

【0014】本発明の製造方法における希土類原料の粉碎処理には、ジェット粉碎機やボールミル、遊星ミル、振動ミル等を、乾式或いは湿式の区別なく適用できる。但し、乾式型ミルの場合、粉碎により形成される粒子の均一性が劣るため、粒径  $10\mu\text{m}$  以上の粗粒子が多く残留する傾向がある。それ故、乾式型ミルを採用する場合には、例えば、微粉碎されたものだけが排出されるような分級機能を兼ね備えた乾式型ミルを使用するなどによって、効率的に粗粒子含有量を低減させるようにすることが好ましい。一方、湿式型ミルの場合、粉碎により形成される粒子の均一性が優れるので、本発明の製造方法では湿式ミルを適用することが好ましいものといえる。

【0015】本発明の製造方法において湿式型ミルを用いる場合には、希土類原料と液体とを混合して作製する粉碎用スラリーの希土類原料濃度を、重量換算で  $10\sim 70\text{wt}\%$  として粉碎処理を行うことが好ましい。この粉碎用スラリーは、希土類原料と、水或いは有機溶媒などの液体とを混合することにより作製されるが、この粉碎用スラリー中の希土類原料濃度は、湿式型ミルでの粉碎処理効率に大きく影響する。本発明者らが、種々の湿式型ミルを調査したところ、粉碎用スラリーの希土類原料濃度が、重量換算で  $10\text{wt}\%$  未満であると、スラリー量が多くなり、粉碎時間的に効率が悪くなる傾向が確認された。また、 $70\text{wt}\%$  を超えると、スラリーの粘度が大きくなり、スラリー作製時の混合や粉碎処理自体が難しくなることが確認された。そのため、湿式型ミルの場合には、上記希土類原料の濃度範囲の粉碎用スラリーを用いると、生産効率的に良好な粉碎処理が行えるものとなる。

【0016】また、湿式型ミルにおいて粉碎媒体としてボールを使用する場合、該ボール直径は  $0.2\sim 10\text{mm}$  のものを用いることが好ましい。 $0.2\text{mm}$  未満の直径であると、粉碎された研磨材原料と粉碎媒体であるボールとを分離することが困難となり、粉碎媒体が研磨材原料の異物として残存する可能性が生じるためである。また、 $10\text{mm}$  を超える直径であると、粉碎効率が悪くなり、非常に長い粉碎時間を取らなければならないからである。また、この粉碎媒体であるボールは、鋼、超硬合金、耐摩耗鋼、アルミナ、ジルコニアなどの材質からなるものを用いることが好ましい。

【0017】そして、本発明に係る製造方法においては、粉碎処理中又は粉碎処理後に、研磨材原料に含まれる粗粒子量を測定することが好ましい。本発明者等が知る限りにおいて、従来の製造方法では、希土類原料を粉碎処理して得られる研磨材原料中における粗粒子含有量を管理することが行われていたことはなく、解砕処理、或いは分級処理において粗粒子含有量を測定することが一般的に行われている。そこで、本発明のように、希土類原料の粉碎処理中又は粉碎処理後に、研磨材原料中の粗粒子含有量を測定し、粒径  $10\mu\text{m}$  以上の粗粒子が  $500\text{ppm}$  以下となるように粉碎処理工程を管理すると、粗粒子含有量が低減された酸化セリウム系研磨材を、後工程の解砕処理、分級処理を比較的緩和して管理しても、生産効率よく製造することができるようになる。

【0018】

【発明の実施の形態】以下、本発明の好適な実施の形態を説明する。

【0019】第1実施形態：この第1実施形態では、希土類原料として酸化希土（全酸化希土含有量（以下、TREOとする） $95\%$ 、TREO中の酸化セリウム含有量 $60\%$ ）と、仮焼炭酸希土（TREO $85\%$ 、TRE

○中の酸化セリウム含有量60%)とをそれぞれ用い、粉砕機としては湿式タイプのアトライターを用いて粉砕処理を行った場合について示す。ここで、希土類原料である酸化希土は、中国産炭酸希土を化学処理し、900℃の仮焼処理したものである。また、希土類原料とした仮焼炭酸希土は、中国産炭酸希土を化学処理して、600℃の若干低い仮焼温度の熱処理をして、一部を酸化希土にされたものである。

【0020】そして、粉砕機であるアトライター（三井鉱山（株）社製）は、いわゆる高エネルギーボールミルと総称されるものであり、粉砕タンク容量5.4Lのものを使用した。粉砕媒体としては、直径5mmの鋼製の粉砕ボールを用いた。粉砕用スラリーは、50wt%（約850g/L）の希土類原料濃度となるように、希

土類原料3kgと純水3Lとを混合して作製した。

【0021】粉砕処理は、作製した粉砕用スラリーと粉砕ボール12kgとを、アトライターの粉砕タンクに投入して、タンク内に設けられたアジテータアームを250rpmで回転させて行った。上記した炭酸希土、仮焼炭酸希土のそれぞれの原料を用い、時間を変化させて粉砕処理した。そして、粉砕処理後の各研磨材原料の平均粒径及び粗粒子含有量を測定した。その結果を表1に示す。表1中、実施例1～5が炭酸希土の場合で、実施例6～10が仮焼炭酸希土の場合を示している。また、表1で示すように、粉砕処理は1時間から最長5時間までの粉砕時間とした。

【0022】

【表1】

	粉砕時間 (hr)	平均粒径 a ( $\mu$ m)	平均粒径 b ( $\mu$ m)	粗粒子含有量 (ppm)
実施例 1	1	2.54	1.00	12190
実施例 2	2	2.46	0.88	640
実施例 3	3	2.04	0.78	150
実施例 4	4	1.55	0.70	50
実施例 5	5	1.52	0.66	20
実施例 6	1	2.27	0.49	1440
実施例 7	2	1.98	0.46	120
実施例 8	3	1.82	0.41	30
実施例 9	4	1.57	0.41	10
実施例 10	5	1.43	0.39	<10

【0023】表1に記載する平均粒径は、粉砕処理後のスラリーを温度120℃で乾燥して粉体としたものより測定した。そして、平均粒径aは、レーザー回折を利用したマイクロトラック法により測定したもので、体積累積粒度分布度数50%における粒径値(D50)である。また、平均粒径bは、空気透過を利用したブレン法により得られた数値である。

【0024】そして、粉砕処理後の研磨材原料における粗粒子含有量は、次のようにして測定した。まず、粉砕処理後のスラリーを均一に攪拌混合した状態にして一定容量採取し、その採取スラリーを、孔径10 $\mu$ mのマイクロシブ（販売：（社）日本粉体工業技術協会）と呼ばれる電成篩により濾過処理をし、篩上の残査を再びスラリーにして、再度、上記電成篩により濾過処理をし、その篩上の残査を120℃で乾燥し、粒径10 $\mu$ m以上の粗粒子重量を測定した。そして、この粗粒子重量値を採取容量値で割ることで、粗粒子固形分率を算出した。また、別途、一定容量採取しておいた採取スラリーを、そのまま120℃で乾燥して、採取スラリー中の全粉体重量を測定し、その全粉体重量値を採取容量値で割ることにより、スラリー中の全固形分率を算出した。このようにして得られた粗粒子固形分率と全固形分率とにより、粉砕処理後の研磨材原料中における粒径10 $\mu$ m以上の粗粒子含有量を算出した。

【0025】表1を見ると判るように、この第一実施形

態での粉砕処理条件では、炭酸希土を希土類原料とした場合、3時間程度の粉砕処理を行うと、平均粒径10 $\mu$ m以上の粗粒子含有量を500ppm以下にできることが確認された。また、仮焼炭酸希土を希土類原料とした場合では、2時間程度の粉砕処理を行うと、同じく粗粒子含有量が500ppm以下にできることが確認された。

【0026】次ぎに、この粉砕処理された実施例1～10の各研磨材原料を用いて酸化セリウム系研磨材を製造し、各研磨材の研磨特性評価を行った結果について説明する。実施例1～10の粉砕処理された各研磨材原料は、スラリーの状態で取り出し、このスラリーにフッ化アンモニウム溶液を添加し、純水で洗浄後濾過してケーキを得た。そして、このケーキを乾燥後、所定の温度で5時間焙焼処理し、解砕処理後、分級処理することで各酸化セリウム系研磨材を得た。ケーキ乾燥後の焙焼処理は、1100℃と800℃の2つの焙焼温度で行い、更に、フッ化アンモニウム溶液の濃度を変えて化学処理することにより、F（フッ素）品位が異なる酸化セリウム系研磨材を製造した。ここでの解砕処理は、アトマイザー（商品名、東京アトマイザー社製）と呼ばれる粉砕機により行い、分級処理は、乾式の縦型風力分級機を用い、焙焼温度1100℃のものは分級点10 $\mu$ mで、焙焼温度800℃のものは分級点8 $\mu$ mとして行ったものである。



【0027】以上のようにして表1に示す実施例1～10の研磨材原料を用いて酸化セリウム系研磨材を製造し、研磨試験を行い、各研磨材の研磨特性を調べた。研磨試験は、高速研磨試験機を使用し、ほう珪酸ガラス（商品名BK7）を被研磨物として、ポリウレタン製の研磨パッドを用いて研磨を行った。研磨条件は、各酸化セリウム系研磨材を水に分散させて、濃度15wt%とした研磨材スラリーを5L/minの速度で供給して、研磨面に対する圧力 $2.94 \times 10^6 \text{ Pa}$ （30kgf/cm<sup>2</sup>）、回転速度3000rpmに設定して行った。研磨時間は、1分間とした。

【0028】研磨特性の評価は、被研磨物であるほう珪

酸ガラスについて研磨前後のガラス厚みを測定し、この厚み減量を研磨値として比較することによって行った。また、研磨後のガラス表面を観察して表面の傷（キズ）の有無を確認することで行った。この研磨後のガラス表面観察は、30万ルクスのハロゲンランプを照射して、反射法にて観察を行い、傷の大きさ及びその数により点数付けするもので、100点満点からの減点方式にて評価値を定めたものである。表2には、各酸化セリウム系研磨材による研磨値及び研磨キズ評価の結果を記載している。

【0029】

【表2】

	F品位：7% 焙焼温度：1100℃			F品位：5% 焙焼温度：800℃		
	研磨値 (μm)	*評価 (点)	*粗粒子 含有量 (ppm)	研磨値 (μm)	*評価 (点)	*粗粒子 含有量 (ppm)
実施例1	35.0	60	1900	25.1	62	1300
実施例2	34.5	70	1700	24.8	71	1650
実施例3	35.2	90	850	24.9	90	720
実施例4	35.5	95	520	25.2	96	330
実施例5	34.7	97	300	25.0	98	200
実施例6	34.8	75	1500	25.0	77	1200
実施例7	35.0	93	630	25.2	94	470
実施例8	35.0	96	450	25.3	97	330
実施例9	35.1	100	150	24.8	99	110
実施例10	35.0	100	50	25.1	100	30

(\*粗粒子含有量：酸化セリウム研磨材中の粒径1.0μm以上の粗粒子含有量)

【0030】表2で示すように、研磨値的には各研磨材の研磨特性は大きく相違しないものの、研磨材原料中の粗粒子含有量が500ppm以下（表1で示した実施例3～5、実施例7～8）のものについては、キズ評価値が80点以上であり、研磨キズの発生が抑制されていた。尚、表2で示す\*印の粗粒子含有量は、酸化セリウム系研磨材中に含有される、粒径1.0μm以上の粗粒子量を測定した結果である。この最終製品である酸化セリウム系研磨材の\*粗粒子含有量（表2）が、研磨材原料における粗粒子含有量（表1）よりも大きくなっているのがあるのは、粉碎処理後の焙焼処理によって、微粒子が凝集して、粒径1.0μm以上の粗粒子を多量に形成されるためである（以下に示す表3、表4についても同様）。

【0031】従来、表2に示す実施例4又は5、実施例8～10におけるキズ評価値レベル（95点以上）の酸化セリウム系研磨材は、この第1実施形態で説明した分級処理における分級点より小さく設定して分級処理を行うか、或いは、解砕処理、分級処理を繰り返し行う厳密な製造条件管理をしなければ得られないものであった。しかし、この第1実施形態の結果から判るように、セリウムを含む希土類原料を粉碎処理して得られる研磨材原料における粗粒子含有量を100ppm以下にすることによって、後工程での解砕処理、分級処理を特に厳密に行わなくとも、粗粒子含有量が低減され、高精度の研磨を実現できる酸化セリウム系研磨材が容易に得られるこ

とが判った。

【0032】第2実施形態：この第2実施形態では、希土類原料としてバストネサイト精鉱（TREO70%、TREO中の酸化セリウム含有量50%）を用い、粉碎機として湿式型のSCMILL（商品名「砕王」型式SC220/70：三井鉱山社製）を用いて粉碎処理を行った場合について示す。ここで、希土類原料であるバストネサイト精鉱は、バストネサイト鉱石を選鉱することによって得られたものである。

【0033】そして、粉碎機である湿式タイプのSCMILLは、大量循環型粉碎機であり、円筒形粉碎部内の攪拌ロータとその外周側に設けられたセパレータとから構成され、攪拌ロータを回転させて遠心力を発生し、粉碎媒体を外周側のセパレータ押し付け、攪拌ロータの回転運動と相まって、粉碎媒体間に強力なせん断力を発生させて粉碎処理を行うものである。粉碎媒体としては、直径0.5mmのジルコニア製の粉碎ボールを用いた。粉碎用スラリーは、50wt%（約850g/L）の希土類原料濃度となるように、希土類原料20kgと純水20Lとを混合して作製した。

【0034】粉碎処理は、作製した粉碎用スラリーを循環タンクに投入し、SCMILL粉碎機（粉碎ボール4.8kg）へ、循環タンク中の粉碎スラリーを15L/minで循環するようにして行った。粉碎処理時間は、30、60、90分間と変化させて行った（実施例11～13）。そして、各粉碎処理時間により得られた

研磨材原料の平均粒径及び粗粒子含有量を測定した。このときの平均粒径及び粗粒子含有量の測定法については、第1実施形態で説明したものと同様である。但し、この場合の粉碎処理後の粉碎スラリーには、第1実施形態で行った磁気フィルタによる磁性粒子の除去処理は行っていない。

【0035】また、各粉碎処理時間で得られた研磨材原料を用いて酸化セリウム系研磨材を製造した。この時の製造条件は、粉碎処理をした研磨材原料をスラリーの状態に取り出し、このスラリーを純水で洗浄後濾過してケーキを得て、このケーキを乾燥後、850℃で5時間焙焼処理し、解砕処理後、分級処理するものである。解砕処理、分級処理（分級点8μm）は、上記した第1実施

形態と同様である。尚、この第2実施形態の酸化セリウム系研磨材では、バストネサイト精鉱にF（フッ素）が含まれているため、F（フッ素）の化学処理は行っていない。

【0036】そして、このようにして得られた各研磨材の研磨特性を調査した。この研磨材の研磨特性評価方法についても、上記した第1実施形態と同様であるので説明は省略する。この第2実施形態における研磨材原料の平均粒径及び粗粒子含有量測定結果と研磨特性調査結果を表3に示す。尚、表3に示す実施例11～13のF品位は全て約5.5%であった。

【0037】

【表3】

	粉碎時間 (min)	平均粒径 a (μm)	平均粒径 b (μm)	粗粒子 含有量 (ppm)	研磨値 (μm)	研 磨 評 価 (点)	粗粒子 含有量 (ppm)
実施例 11	30	0.97	0.93	531	26	79	1020
実施例 12	60	0.79	0.75	113	25	91	700
実施例 13	90	0.69	0.67	81	25	93	450

(\*粗粒子含有量：酸化セリウム研磨材中の粒径10μm以上の粗粒子含有量)

【0038】表3に示すように、バストネサイト精鉱を希土類原料として、SC MILLにより粉碎処理を60分間程度行うことで、研磨材原料中の粗粒子含有量が500ppm以下になり、それにより得られた酸化セリウム系研磨材では、研磨キズが低減されることが判明した。

【0039】第3実施形態：この第3実施形態では、第1実施形態で使用した酸化希土を研磨材原料として用い、粉碎機として湿式型のビーズミルを用いて粉碎処理を行った場合について示す。

【0040】そして、粉碎機である湿式型のビーズミルは、商品名ダイノーミル：KDLPILOT A型（株）シンマルエンタープライゼス社製）を使用した。このダイノーミルは、粉碎タンクとなるシリンダー容器（1.4L）を横置きにして粉碎処理を行うようになっているものである。粉碎媒体としては、直径1.25mmのジルコニア製の粉碎ボールを用いた。粉碎用スラリーは、50wt%（約850g/L）の希土類原料濃度となるように、希土類原料2kgと純水2Lとを混合して作製した。

【0041】粉碎処理は、作製した粉碎用スラリーを、設定流量0.5L/minにて、ビーズミル（粉碎ボール4.15kg）に全量通過させて、この操作を複数回

繰り返すことによって行った。粉碎処理時間は、この通過回数により調整し、粉碎処理時間を13、19、25分間と変化させて行った（実施例14～16）。そして、各粉碎処理時間で処理を行った粉碎処理後の研磨材原料の平均粒径及び粗粒子含有量を測定した。このときの平均粒径及び粗粒子含有量の測定法については、第1実施形態で説明したものと同様である。但し、この場合の粉碎処理後のスラリーには、第1実施形態で行った磁気フィルタによる磁性粒子の除去処理は行っていない。

【0042】また、各粉碎処理時間で得られた研磨材原料を用いて酸化セリウム系研磨材を製造した。この時の製造条件は、上記した第1実施形態の場合と同様である。尚、焙焼温度は850℃で、分級処理における分級点は8μmである。

【0043】そして、このようにして得られた酸化セリウム系研磨材の研磨特性を調査した。研磨材の研磨特性評価方法については、上記した第1実施形態と同様である。この第3実施形態における研磨材原料の平均粒径及び粗粒子含有量測定結果と研磨特性調査結果を表4に示す。尚、表4に示す実施例14～16のF品位は全て約5%であった。

【0044】

【表4】

	粉碎時間 (min)	平均粒径 a (μm)	平均粒径 b (μm)	粗粒子 含有量 (ppm)	研磨値 (μm)	研 磨 評 価 (点)	粗粒子 含有量 (ppm)
実施例 14	13	0.90	0.91	314	26	83	1000
実施例 15	19	0.84	0.84	74	25	93	430
実施例 16	25	0.83	0.79	59	26	95	380

(\*粗粒子含有量：酸化セリウム研磨材中の粒径10μm以上の粗粒子含有量)

【0045】表4に示すように、炭酸希土を希土類原料とし、ビーズミルにより粉碎処理を13分間程度行うこ

とで、研磨材原料中の粗粒子濃度が500ppm以下になり、それにより得られた酸化セリウム系研磨材では、

研磨キズの発生が抑制されることが判明した。

【 0 0 4 6 】

【発明の効果】本発明によると、解砕処理や分級処理を従来のように厳密に管理することなく、粗粒子含有量を

低減した酸化セリウム系研磨材を容易に製造することが可能となる。そのため、高精度な研磨を要求される酸化セリウム系研磨材であっても、生産効率良く製造することが可能となる。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4D063 FF35 GA10 GB05 GB07 GD02  
GD24 GD27  
4G076 AA02 AB02 AC04 CA04 CA26  
DA30